

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-208368

(43)Date of publication of application : 12.08.1997

(51)Int.Cl.

C30B 15/02

C30B 29/06

// H01L 21/208

(21)Application number : 08-046701

(71)Applicant : SHIN ETSU HANDOTAI CO LTD

(22)Date of filing : 08.02.1996

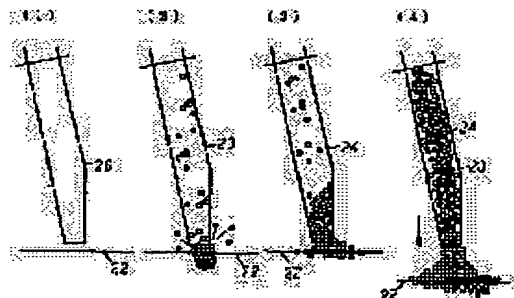
(72)Inventor : NAGAI NAOKI
HARADA ISAMU
TASHIRO TOMOHIRO
ODA MICHIAKI

(54) FEEDING OF GRANULAR SILICON RAW MATERIAL AND FEED PIPE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide both a method for feeding a silicon raw material by which the silicon raw material can rapidly be recharged so as not to damage a quartz crucible when melting the silicon raw material and the productivity and production yield of a silicon single crystal are resultantly improved and a feed pipe.

SOLUTION: This method for feeding a silicon raw material comprises making a granular silicon raw material 24 stay in a feed pipe 20 and then lowering the crucible or lifting the feed pipe 20 while maintaining the retention of the granular silicon raw material 24 in the feed pipe 20, forming an unmolten layer of the granular silicon raw material 24 on a melt surface 22 of the silicon melt or a solidified surface thereof, then melting the unmolten layer and feeding the granular silicon raw material 24 to the unmolten layer while maintaining the retention of the granular silicon raw material 24 in the feed pipe 20 in the method for feeding the granular silicon to the silicon melt in the crucible in a Czochralski process. Furthermore, the feed pipe 20 has a mechanism for sliding upward and the tip thereof is cut so that the tip end face may be parallel to the melt surface 22 or solidified surface.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

13.06.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-208368

(43) 公開日 平成9年(1997)8月12日

| (51) Int.Cl. ⁶ | 識別記号 | 片内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
|---------------------------|-------|--------|----------------|---------|
| C 3 0 B 15/02 | | | C 3 0 B 15/02 | |
| 29/06 | 5 0 2 | | 29/06 | 5 0 2 A |
| // H 0 1 L 21/208 | | | H 0 1 L 21/208 | P |

審査請求 未請求 請求項の数10 F D (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平8-46701

(22) 出願日 平成8年(1996)2月8日

(71) 出願人 000190149

信越半導体株式会社

東京都千代田区丸の内1丁目4番2号

(72) 発明者 永井 直樹

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半
導体株式会社磯部工場内

(72) 発明者 原田 勇

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半
導体株式会社磯部工場内

(72) 発明者 田代 智博

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半
導体株式会社磯部工場内

(74) 代理人 弁理士 好宮 幹夫

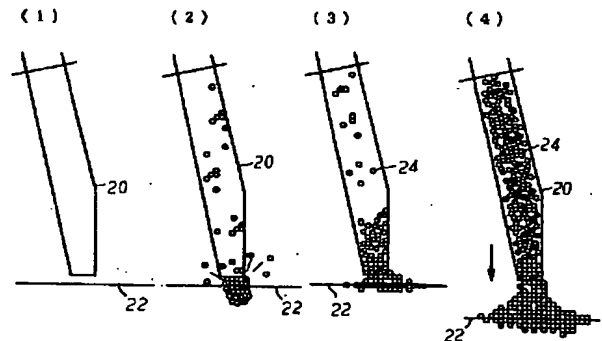
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 粒状シリコン原料の供給方法および供給管

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 速やかにかつ熔融時に石英ルツボに損傷を与えることのないようにシリコン原料を追加供給でき、その結果、シリコン単結晶の生産性、製造歩留りが向上される、シリコン原料の供給方法および供給管を提供する。

【解決手段】 チョクラルスキー法において粒状シリコンをルツボ内のシリコン融液に供給する方法において、粒状シリコン原料を供給管内に滞留させ、次いで、供給管内の粒状シリコン原料の滞留を維持しながらルツボを下降または供給管を上昇させて、シリコン融液の溶湯面または固化面上に粒状シリコン原料の未熔融層を形成し、そしてこの未熔融層を熔融すると共に、供給管内の粒状シリコン原料の滞留を維持しながら未熔融層へ粒状シリコン原料を供給する方法、ならびに上方向にスライドする機構を持つ供給管および先端端面が溶湯面または固化面に対して平行になるように先端が切断されている供給管。



1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 チョクラルスキー法において粒状シリコンをルツボ内のシリコン融液に供給する方法において、粒状シリコン原料をシリコン融液の溶湯面または固化面に供給管を介して供給し、その際、供給管の先端は、溶湯面に近接、または固化面に近接または接触させて、粒状シリコン原料を供給管内に滞留させ、次いで、供給管内の粒状シリコン原料の滞留を維持しながらルツボを下降または供給管を上昇させて、シリコン融液の溶湯面または固化面上に粒状シリコン原料の未熔融層を形成し、そしてこの未熔融層を熔融すると共に、供給管内の粒状シリコン原料の滞留を維持しながら供給管を介して未熔融層へ粒状シリコン原料を供給する方法。

【請求項2】 粒状シリコン原料の滞留および未熔融層の形成は、粒状シリコン原料を、4 kg/分以上の速度で供給することにより行う、請求項1記載の方法。

【請求項3】 未熔融層への粒状シリコン原料の供給は、未熔融層の熔融速度と同じ速度で行う、請求項1または2記載の方法。

【請求項4】 未熔融層の熔融と未熔融層への粒状シリコン原料の供給を行う際、溶湯面の上昇に合わせて、ルツボを下降または供給管を上昇させる、請求項3記載の方法。

【請求項5】 供給量の精度を高めるために、供給すべき粒状シリコン原料の全量のうちの最後の数百グラムは、0.3 kg/分以下という非常に遅い速度で、未熔融層に供給される、請求項3または4記載の方法。

【請求項6】 供給管の先端を、ルツボの中心からルツボの半径の1/4～3/4離れた位置におき、ルツボを回転させながら、粒状シリコン原料の未熔融層の形成、そして未熔融層の熔融と未熔融層への粒状シリコン原料の供給を行う、請求項1～5のいずれか1項に記載の方法。

【請求項7】 未熔融層の熔融と未熔融層への粒状シリコン原料の供給を行う際、ルツボの平均下降速度または供給管の平均上昇速度とルツボの平均回転数とを、次の関係

$$1 \leq \{ \text{ルツボの平均下降速度または供給管の平均上昇速度} \times (1 / \text{ルツボの平均回転数}) \}$$

を満たすように設定する、請求項1～6のいずれか1項に記載の方法。

【請求項8】 ルツボの回転動作と、ルツボの下降または供給管の上昇動作とを連動させる、請求項6または7記載の方法。

【請求項9】 上方向にスライドする機構を持つことを特徴とする、チョコラルスキー法において粒状シリコン原料をルツボ内のシリコン融液に供給するための供給管。

【請求項10】 先端端面が溶湯面または固化面に対して平行になるように先端が切断されている、チョコラル

2

スキー法において粒状シリコン原料をルツボ内のシリコン融液に供給するための供給管。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、チョコラルスキー法によるシリコン単結晶の製造における、シリコン原料の供給方法および供給管に関する。

【0002】

【従来の技術】チョコラルスキー法によるシリコン単結晶の製造において、製造コストを低減する方法として、マルチプリーング法 (Semiconductor Silicon Crystal Technology, Fumio Shimura, p.178-p.179, 1989参照) が知られている。マルチプリーング法は、所定の範囲のドーパント濃度を持つシリコン単結晶を引き上げた後、ルツボ内のシリコン原料の減少量に相当する量のシリコン原料を追加供給 (リチャージ) し、これを熔融した後、再度、同様のシリコン単結晶を引き上げることを繰り返す方法である。この方法によれば、製造歩留りが向上すると共に、一度しか使用できない石英ルツボから複数本の単結晶を製造できるために、ルツボコストが低減し、シリコン単結晶の製造コストを低減できる。

【0003】このシリコン原料の追加供給 (リチャージ) 方法としては、図5に示すように、ルツボ51内のシリコン融液52からシリコン単結晶53の引き上げ後、ルツボ51内に残存するシリコン融液52に、シリコン原料55をロッド状、塊状のような一度に大量に供給できる形態で追加供給したり、または、粒状のシリコン原料を追加供給する方法がある。このようなシリコン原料の追加供給に必要な時間は短いほど、シリコン単結晶の製造時間を短縮でき、生産性を向上できるので、シリコン原料の追加供給速度は大きい方が望ましい。シリコン原料をロッド状、塊状でシリコン融液に追加供給すれば、追加供給速度は大きくなるが、短時間で追加供給された大量のシリコン原料を熔融するためには、強い加熱が必要であって、それによって、石英ルツボに損傷が生じやすく、この結果、単結晶の育成中に、転位が発生しやすくなるという問題が生ずる。シリコン原料を粒状でシリコン融液に追加供給する場合、追加供給速度を大きくすることは可能であるが、上記と同様に、強い加熱が必要となり、同様の問題が生じる。

【0004】さらに、図6に示すように、シリコン単結晶の引き上げ後にルツボ61内に残存するシリコン融液62の表面を固化させた後、シリコン融液62の固化面63上にシリコン原料64を供給管60を介して追加供給する (特開昭62-260791号公報参照) 方法も知られている。この方法では、シリコン融液の固化面上に、シリコン原料を堆積させた後、熔融するので、特にシリコン原料の追加供給量が多い場合や、粒状のような高密度で充填される形態で供給する場合には、シリコン原料を熔融するために強い加熱が必要であって、それに

よって、上記と同様に、石英ルツボに損傷が生じやすく、この結果、単結晶の育成中に、転位が発生しやすくなるという問題がある。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明は、上記の問題を解消し、シリコン融液の溶湯面上、固化面上のいずれにも適し、速やかにかつ熔融時に石英ルツボに損傷を与えることのないようにシリコン原料を追加供給でき、その結果、シリコン単結晶の生産性、製造歩留りが向上される、シリコン原料の供給方法および供給管を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記目的が、まず溶湯面または固化面上に粒状シリコン原料の未熔融層を形成し、その後、この未熔融層の熔融を行いながら、この未熔融層への粒状シリコン原料の供給を行うことによって達成されることを見いだした。

【0007】従って、本発明は、チョクラルスキー法において粒状シリコンをルツボ内のシリコン融液に供給する方法において、粒状シリコン原料をシリコン融液の溶湯面にまたは固化面に供給管を介して供給し、その際、供給管の先端は、溶湯面に近接、または固化面に近接または接触させて、粒状シリコン原料を供給管内に滞留させ、次いで、供給管内の粒状シリコン原料の滞留を維持しながらルツボを下降または供給管を上昇させて、シリコン融液の溶湯面または固化面上に粒状シリコン原料の未熔融層を形成し、そしてこの未熔融層を熔融すると共に、供給管内の粒状シリコン原料の滞留を維持しながら供給管を介して未熔融層へ粒状シリコン原料を供給する方法、ならびに、上方向にスライドする機構を持つことを特徴とする、チョクラルスキー法において粒状シリコン原料をルツボ内のシリコン融液に供給するための供給管、および、先端端面が溶湯面または固化面に対して平行になるように先端が切断されている、チョクラルスキー法において粒状シリコン原料をルツボ内のシリコン融液に供給するための供給管を要旨とするものである。

【0008】本発明の供給方法において、粒状シリコン原料の滞留および未熔融層の形成は、粒状シリコン原料を、 4 kg/分 以上という速い速度で供給することにより行うのが好ましい。シリコン融液の溶湯面上に供給する場合、溶湯表面は高温であり、粒状シリコン原料の供給速度が、未熔融層の熔融速度程度の遅い速度であると、供給管内に滞留する粒状シリコン原料が相当高温に加熱され、場合によっては熱によって融着し、供給管を詰まらせる可能性がある。そこで、粒状シリコン原料を、 4 kg/分 以上という速い速度で供給して、素早く、粒状シリコン原料の滞留および未熔融層を形成し、この未熔融層によって、溶湯の温度を下げ、溶湯からの輻射熱を妨げるためである。シリコン融液の固化面上に粒状シリコン原料を供給する場合にも、供給管内にシリ

コン原料の滞留を形成するのに必要な時間を短くするために、粒状シリコン原料を、 4 kg/分 以上という速い速度で供給するのが好ましい。

【0009】本発明の供給方法において、未熔融層への粒状シリコン原料の供給は、未熔融層の熔融速度と同じ速度で行うのが好ましい。これは、未熔融層の厚さを常に一定に保つように粒状シリコン原料を未熔融層へ供給することによって達成できる。なお、本明細書中の未熔融層の熔融速度および粒状シリコン原料の供給速度は、瞬間の熔融速度および供給速度ではなく、ある時間における平均の熔融速度および供給速度を意味する。また、本明細書中に記載の「同じ速度」は、ほぼ同じ速度を含む概念である。未熔融層の厚さを常に一定に保つためには、未熔融層の熔融に伴い、シリコン融液の溶湯面が上昇するので、溶湯面の上昇に合わせて、ルツボを下降または供給管を上昇させるのが好ましい。さらに、供給量の精度を高めるために、供給すべき粒状シリコン原料の全量のうちの最後の数百グラムは、 0.3 kg/分 以下という非常に遅い速度で、未熔融層に供給されるのが好ましい。

【0010】さらに、本発明の供給方法においては、供給管の先端を、ルツボの中心からルツボの半径の $1/4 \sim 3/4$ 離れた位置におき、ルツボを回転させながら、粒状シリコン原料の未熔融層の形成、そして未熔融層の熔融と未熔融層への粒状シリコン原料の供給を行うのが好ましい。供給管の先端を、ルツボの中心からルツボの半径の $1/4 \sim 3/4$ 離れた位置においてルツボを回転させると、シリコン融液の溶湯面または固化面上に形成される粒状シリコン原料の未熔融層の面積が大きくなり、その結果、未熔融層の熔融速度も大きくなって、未熔融層への粒状シリコン原料の供給速度を大きくすることができると共に、シリコン融液への粒状シリコン原料の円滑な供給が可能となり、供給管の閉塞を防止できるからである。すなわち、未熔融層の熔融に伴う未熔融層の厚さの低下は、断続的に起こることから、ルツボを回転させないと、供給管を介する未熔融層への粒状シリコン原料の供給も断続的になって、供給管内で粒状シリコン原料が移動しない状態が続き熔融して供給管を詰まらせる恐れがあるが、ルツボを回転させることによって、未熔融層へ粒状シリコン原料を連続的に供給でき、従って、粒状シリコン原料を、供給管内を常に移動する状態に置くことができ、供給管を詰まらせることを防止できる。

【0011】また、供給管の先端がルツボの中心から離れる距離をルツボの半径の $1/4$ 以上としたのは、 $1/4$ 未満では、ルツボの中心付近に粒状シリコン原料の未熔融層が形成され、これを、ルツボを圍繞するように設けられているヒーターにより加熱して熔融しようとしてもヒーターから離れていて熔融速度が小さくなり過ぎるか、熔融速度を大きくしようとすると、強い加熱が必要

となつて、ルツボに損傷を与えるおそれがあり、好ましくないからである。さらに、供給管の先端がルツボの中心から離れる距離をルツボの半径の $3/4$ 以下としたのは、 $3/4$ より大きくすると、形成される未熔融層が、ルツボ壁に付着するおそれがあるからである。すなわち、未熔融層の熔融と未熔融層への粒状シリコン原料の供給は、シリコン融液に接している部分が熔融されて空間ができ、この熔融により生じた空間の上部の粒状シリコン原料が下方へ落下してその空間を埋めると共に、その落下により空いた空間に粒状シリコン原料が供給されることが繰り返されることにより行われる。従つて、熔融により生じた空間の上部の粒状シリコン原料の下方への落下がスムーズに起こることが必要であるが、未熔融層がルツボ壁に付着してしまうと、粒状シリコン原料の下方への落下がスムーズに起こらず、粒状シリコン原料の供給が止まり、供給管内の粒状シリコン原料が熔融して供給管を詰まらせることとなつて、好ましくない。

【0012】さらに、未熔融層の熔融と未熔融層への粒状シリコン原料の供給を行う際、ルツボの平均下降速度または供給管の平均上昇速度 (mm/分) と、ルツボの平均回転数 (rpm) とを、次の関係

$1 \leq \{ \text{ルツボの平均下降速度または供給管の平均上昇速度} \times (1/\text{ルツボの平均回転数}) \}$

を満たすように設定するのが特に好ましい。このように設定すると、ルツボの回転が速すぎて、ルツボの下降や未熔融層の熔融が十分に進行していないために、未熔融層への粒状シリコン原料の供給を停止しなければならないといった事態を避けることができ、未熔融層への粒状シリコン原料の供給を連続して行うことができる。なお、上記関係を満たすように設定すると、例えばルツボの平均下降速度が1mm/分である場合、ルツボの平均回転数は1 (rpm) 以下となる。

【0013】さらに、ルツボの回転動作と、ルツボの下降または供給管の上昇動作とを連動させる、すなわち、ルツボを下降または供給管を上昇させる時はルツボも回転させ、ルツボを下降または供給管を上昇させない時はルツボも回転させないことが好ましい。こうすることによって、未熔融層への粒状シリコン原料の供給をさらに円滑に行うことができる。

【0014】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を図面を用いて説明する。図1は、本発明を実施するための供給装置の一例を示す縦断面図である。図1に示すように、石英ルツボ1内のシリコン融液2の溶湯面または固化面に、供給管10を介して粒状シリコン原料4が供給される。供給管10の先端は、ルツボ1の中心からルツボの半径の $1/4 \sim 3/4$ 、好ましくは $1/2 \sim 3/4$ 離れた位置に置く。供給管10の外側には、粒状シリコン原料4の滞留量を検知できるセンサー5が設けられて

いる。供給管10の上部には、供給管10に粒状シリコン原料4を供給するためのフィーダー6が設けられている。供給管10内の粒状シリコン原料4の滞留量が一定量7を越えるとセンサー5が感知して、フィーダー6からの粒状シリコン原料の供給を減少または停止させて、供給管10内の粒状シリコン原料4の滞留量を常に一定量7以下になるように制御する。ルツボ1は、軸8により下降および回転させることができる。ルツボ1内のシリコン融液および粒状シリコン原料は、ヒーター11により加熱される。なお、図1中、3は炉体を示す。

【0015】図2は、本発明の供給方法で粒状シリコン原料をシリコン融液の溶湯面へ供給する時の供給管20の位置、溶湯面22の位置および粒状シリコン原料24の状態の変化を示す、部分縦断面図である。図2の

(1)に示すように、まず、供給管20の先端を溶湯面22に近接させる。供給管20の先端と、溶湯面22との距離は、供給管の先端の形状や直径、あるいはルツボの大きさによっても異なるが、通常、5~10mmである。供給管の先端と、溶湯面との距離を5~10mmとするのは、供給管内に粒状シリコン原料の滞留を速やかに生じさせるためには、この距離は短ければ短いほど良好であるが、5mmよりも短いと、供給管の先端に、粒状シリコン原料が溶湯面に供給された時に飛び散るシリコン融液が付着しやすいからであり、また10mmより長いと、粒状シリコン原料が、溶湯面上で跳ね返って回りに飛び散る危険があるし、供給管内の粒状シリコン原料の滞留が生じるまでの時間がかかり過ぎ、好ましくないからである。

【0016】なお、供給管は、図2に示すように、先端端面が溶湯面と平行になるように先端が切断されているのが好ましい。このようにすると、供給管内の粒状シリコン原料の滞留がより速やかに形成されるし、さらに、メニスカスが対称となつて、粒状シリコン原料を、未熔融層の熔融速度と同じ遅い速度で供給する際、また、0.3kg/分以下という非常に遅い速度で供給する際、粒状シリコン原料の供給を安定して行うことができるからである。

【0017】次に、図2の(2)~(4)に示すように、粒状シリコン原料24の滞留および未熔融層の形成を行う。これは、粒状シリコン原料を、4kg/分以上という速い速度で供給することにより行うのが好ましい。素早く未熔融層を形成することによって、溶湯の温度を下げ、溶湯からの輻射熱を妨げて、輻射熱による粒状シリコン原料の融着による供給管の閉塞を避けるためである。未熔融層は、供給管内の粒状シリコン原料の滞留を維持しながらルツボを下降または供給管を上昇させ、かつルツボを回転させて形成する。未熔融層の厚さは、厚すぎると、熔融により生じた空間の上部の粒状シリコン原料の下方への落下がスムーズに起こらなくなるので、溶湯が見えない程度とするのが適当である。具体

的な厚さは、引上炉の大きさ、ルツボ径、ホットゾーンの形状、ヒーターパワーなどによって変わる。

【0018】次に、未熔融層を熔融すると共に、供給管内の粒状シリコン原料の滞留を維持しながら供給管を介して未熔融層へ粒状シリコン原料を供給する。未熔融層への粒状シリコン原料の供給は、未熔融層の熔融速度と同じ速度で行い、未熔融層の厚さを常に一定にする。未熔融層の熔融に伴いシリコン融液の溶湯面が上昇するので、溶湯面の上昇分だけルツボを下降させる。また、未熔融層へ粒状シリコン原料をスムーズに供給するため、

10 適当な回転数でルツボを回転させる。ルツボの下降とルツボの回転とは連動させるのが好ましい。

【0019】なお、供給管内の粒状シリコン原料の滞留を維持しながら未熔融層へ粒状シリコン原料を供給する際、あらかじめ供給管内に滞留している粒状シリコン原料を加熱しておく、未熔融層の熔融速度を大きくすることができ、未熔融層の溶解速度が小さく、未熔融層への粒状シリコン原料の供給速度が小さい場合に特に有効である。しかし、このような供給管内に滞留している粒状シリコン原料の加熱は、かえって供給管内での粒状シリコン原料の融着を引き起こしかねない。この供給管内での粒状シリコン原料の融着は、供給管の外表面を、不透明石英、 SiO 、 SiC などの熱または光の透過性の低い材料で被覆することにより、供給管内の粒状シリコン原料の加熱を抑制でき、防止できることがわかった。最後に、供給すべき粒状シリコン原料の全量のうちの最後の数百グラムを、 0.3 kg/分 以下という非常に遅い速度で、未熔融層に供給して、供給量の精度を高める。

【0020】図3は、本発明の供給方法で粒状シリコン原料をシリコン融液の固化面へ供給する時の供給管30の位置、固化面の位置および粒状シリコン原料34の状態の変化を示す、部分縦断面図である。水素、塩素などの残留ガスを含むポリシリコンを粒状シリコン原料として使用する場合、固化面上に供給するのがよい。このような粒状シリコン原料は、溶湯面に直接供給すると、脱ガスにより破裂して、シリコン飛沫がルツボの外に飛び出すおそれがあるが、本発明の供給方法により固化面上に供給すると、固化面を熔融して粒状シリコンの未熔融層の熔融を開始しても、その熔融は、既に形成されている未熔融層の下で起こるために、残留ガスを含むポリシリコンの脱ガスによる破裂によるシリコン飛沫が、この未熔融層のために、外部に出ず、シリコン飛沫の影響を最小限に抑えながら、このようなシリコン原料の供給ができるからである。ポリシリコン中の水素は、加熱処理することによって除去できるが、ポリシリコン中の塩素の除去方法は見つかっておらず、塩素を含むポリシリコンは非常に取扱い難い原料とされている。シリコン融液の固化面上への本発明の供給方法によれば、このような塩素を含むポリシリコンをシリコン原料として問題なく

使用できる。

【0021】図3の(1)および(2)に示すように、まず、シリコン融液の固化面を形成した後、供給管30の先端を固化面に接触、または近接させる。供給管の先端と、固化面との距離は、供給管の先端の形状や直径、あるいはルツボの大きさによっても異なるが、通常、 $0\sim 5\text{ mm}$ である。 5 mm より距離が長いと、粒状シリコン原料が、固化面上で激しく跳ね返り、回りに飛び散ってしまうし、供給管内の粒状シリコン原料の滞留が生じるまでの時間が長くなって好ましくないからである。なお、シリコン融液の固化面に供給管の先端を接触させる場合、供給管は、図4に示すように、固化面に接触しても、破損しないように、上方向にスライドして固化面との衝撃を逃がす機構を有するのが好ましく、また、図3に示すように、先端端面が固化面と平行になるように先端が切断されているのが好ましい。

【0022】次に、図3の(3)～(6)に示すように、粒状シリコン原料34の滞留および未熔融層の形成を行う。これは、粒状シリコン原料を、 4 kg/分 以上という速い速度で供給することにより行うのが好ましい。未熔融層は、供給管内の粒状シリコン原料の滞留を維持しながらルツボを下降および回転させて形成する。次に、図3の(7)に示すように、ルツボを下降および回転させながら、シリコン融液の固化面および未熔融層を熔融すると共に、未熔融層へ粒状シリコン原料34を供給する。未熔融層への粒状シリコン原料の供給は、未熔融層の熔融速度と同じ速度で行い、未熔融層の厚さは常に一定である。ルツボの下降および回転は、連動させるのが好ましい。

30 【0023】最後に、図3の(8)に示すように、供給すべき粒状シリコン原料の全量のうちの最後の数百グラムを、 0.3 kg/分 以下という非常に遅い速度で、未熔融層に供給して、供給量の精度を高める。

【0024】図4は、本発明による上方向にスライドする機構を有する供給管の一例を示す図である。図4に示すように、石英供給管40の頭部が鍔41になっていて、この供給管は、固定されず、吊るされ、上方向へスライド代42だけスライドが可能となっている。このような機構によって、シリコン融液の固化面へ粒状シリコン原料を供給する際、供給管の先端が固化面に接触しても、破損しないですむ。

【0025】

【実施例】以下、本発明による粒状シリコン原料の供給方法の実施例を示す。

実施例1 粒状シリコン原料のシリコン融液の溶湯面への供給

マルチプーリング法により、1本目のシリコン単結晶を取り出した18インチφの石英ルツボ内のシリコン融液に、次のようにして、粒状シリコン原料として、全部で
50 33 kg の、残留ガスの水素を除去した粒状のポリシリ

9

コンを供給した。まず、4 kg/分で粒状シリコン原料3 kgを供給管内を介してシリコン融液の溶湯面上に供給して、供給管内に粒状シリコン原料の滞留を形成した。その後、ルツボを100 mm/分の速度で下降させ、1 rpmの回転数で回転させながら、粒状シリコン原料1.2 kgを同様に4 kg/分の速度で供給して粒状シリコン原料の未熔融層を形成した。

【0026】次いで、ルツボを1 mm/分の速度で下降させ、0.1 rpmの回転数で回転させながら、粒状シリコン原料17.7 kgを0.3 kg/分の速度で供給した。粒状シリコン原料の未熔融層の厚さは変わらなかった。最後に、ルツボを1 mm/分の速度で下降させ、0.1 rpmの回転数で回転させながら、シリコン原料300 gを0.1 kg/分の速度で供給した。このように、本発明の供給方法によれば、33 kgの粒状シリコン原料を速やかにシリコン融液に追加供給でき、また、石英ルツボに損傷は全く見られなかった。

【0027】**実施例2** 粒状シリコン原料のシリコン融液の固化面への供給

1本目のシリコン単結晶を取り出した18インチφの石英ルツボ内のシリコン融液に、次のようにして、粒状シリコン原料として、全部で33 kgの、残留ガスの塩素を含む粒状のポリシリコンを供給した。まず、シリコン融液の表面を固化した後、4 kg/分で粒状シリコン原料1.5 kgを供給管内を介して固化面上に供給して、供給管内に粒状シリコン原料の滞留を形成した。その後、ルツボを100 mm/分の速度で下降させ、1 rpmの回転数で回転させながら、粒状シリコン原料10.5 kgを同様に4 kg/分の速度で供給して粒状シリコン原料の未熔融層を形成した。

【0028】次いで、シリコン融液の固化面を熔融し、未熔融層の熔融を開始した。この時、ルツボを1 mm/分の速度で下降させ、0.1 rpmの回転数で回転させながら、シリコン原料20.7 kgを0.3 kg/分の速度で供給した。シリコン原料の未熔融層の厚さは変わらなかった。最後に、ルツボを1 mm/分の速度で下降させ、0.1 rpmの回転数で回転させながら、シリコ

10

ン原料300 gを0.1 kg/分の速度で供給した。このように、本発明の供給方法によれば、33 kgの、残留ガスを含む粒状シリコン原料を速やかにかつシリコン飛沫の影響を抑えてシリコン融液に追加供給でき、また、石英ルツボには全く損傷はなかった。

【0029】

【発明の効果】本発明によれば、シリコン融液の溶湯面上、固化面上のいずれにも、速やかにかつ石英ルツボに損傷を与えることのないようにシリコン原料を追加供給でき、その結果、シリコン単結晶の生産性、製造歩留りが向上される。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明を実施するための供給装置の一例を示す縦断面図である。

【図2】 (1)～(4)は、本発明の供給方法で粒状シリコン原料をシリコン融液の溶湯面へ供給する時の供給管の位置、溶湯面の位置および粒状シリコン原料の状態の変化を示す、部分縦断面図である。

【図3】 (1)～(10)は、本発明の供給方法で粒状シリコン原料をシリコン融液の固化面へ供給する時の供給管の位置、溶湯面の位置および粒状シリコン原料の状態の変化を示す、部分縦断面図である。

【図4】 本発明による上方にスライドする機構を有する供給管の一例を示す図である。

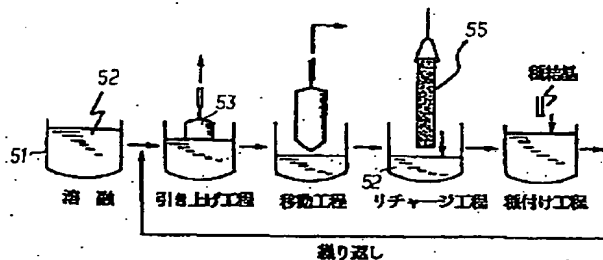
【図5】 従来の追加供給方法の一例を示す概要説明図である。

【図6】 従来の追加供給方法の他の一例を示す概要説明図である。

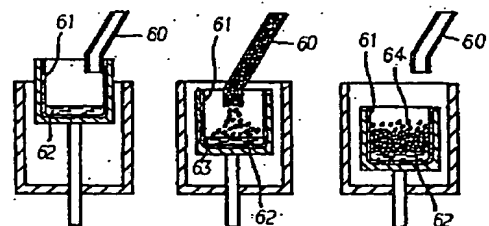
【符号の説明】

- 1, 51, 61…ルツボ、 2, 52, 62…シリコン融液、 3…炉体、 4, 24, 34, 64…粒状シリコン原料、 5…センサー、 6…フィーダー、 7…一定量、 8…軸、 10, 20, 30, 40, 60…供給管、 11…ヒーター、 22…溶湯面、 41…鍔、 42…スライド代、 53…シリコン単結晶、 55…シリコン原料、 63…固化面。

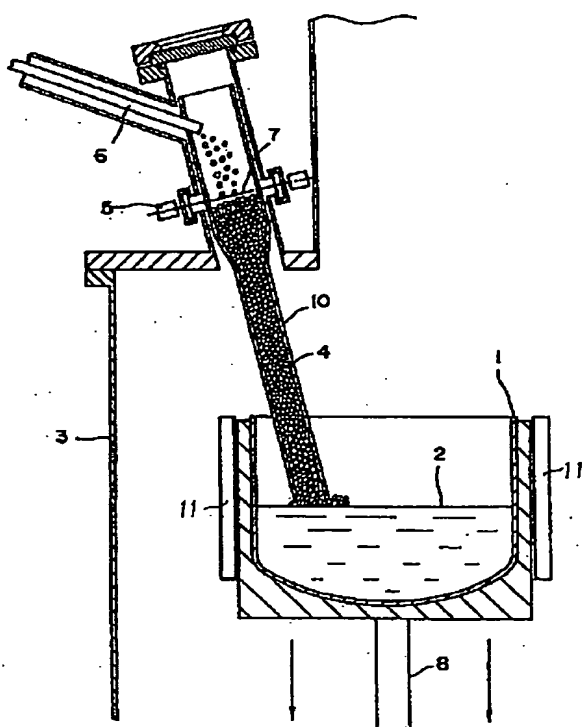
【図5】



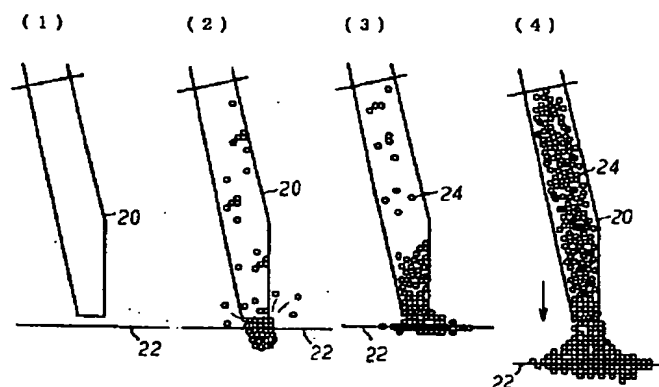
【図6】



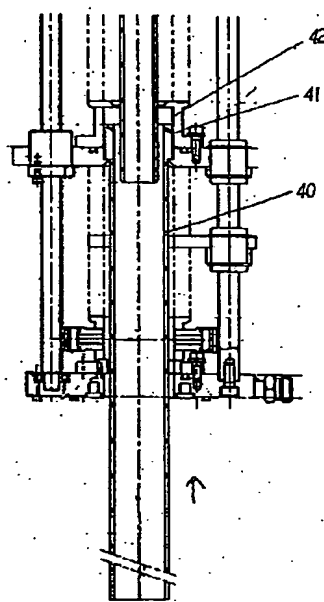
【図1】



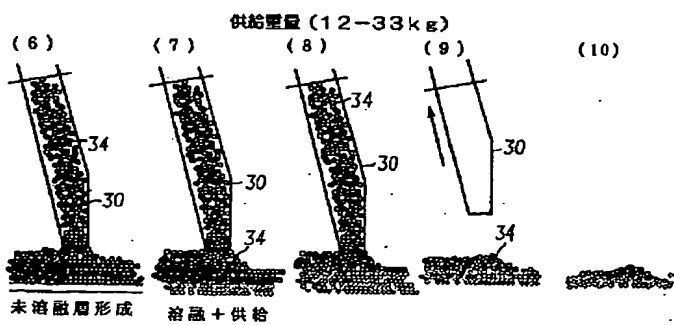
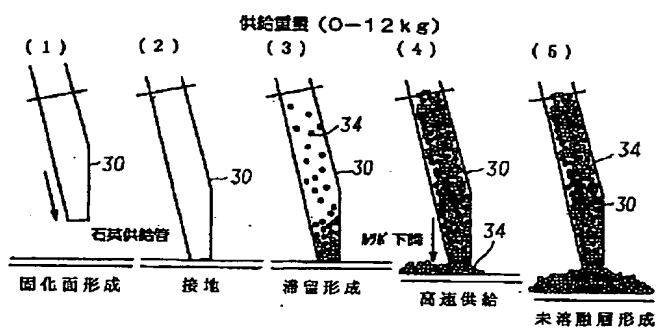
【図2】



【図4】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 小田 道明

群馬県安中市磯部 2 丁目 13 番 1 号 信越半
導体株式会社磯部工場内